

(19) RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE  
PARIS

(11) N° de publication :

2 759 607

(à n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction)

(21) N° d'enregistrement national :

98 01739

(51) Int Cl<sup>6</sup> : B 01 F 17/00, B 01 F 17/06 // A 61 K 7/00

(1)

## DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

(2) Date de dépôt : 13.02.98.

(30) Priorité : 15.02.97 DE 19705862.

(43) Date de mise à la disposition du public de la  
demande : 21.08.98 Bulletin 98/34.

(56) Liste des documents cités dans le rapport de  
recherche préliminaire : *Ce dernier n'a pas été  
établi à la date de publication de la demande.*

(60) Références à d'autres documents nationaux  
apparentés :

(71) Demandeur(s) : HENKEL KGAA — DE.

(72) Inventeur(s) : ANSMANN ACHIM et KAWA ROLF.

(73) Titulaire(s) :

(74) Mandataire(s) : CABINET HERRBURGER.

(54) PROCEDE DE PREPARATION DE CONCENTRES A ECLAT NACRE, TENSIOACTIFS.

(57) On propose un procédé de fabrication de concentrés  
à éclat nacré tensioactifs par mélange de tensioactifs anio-  
niques aqueux avec des cires à éclat nacré, dans lequel on  
met en œuvre des concentrés d'agents tensioactifs anioni-  
ques aqueux qui sont présents dans la phase de gel lamel-  
laire. Par mélange des composants dans la phase de gel on  
obtient des concentrés qui se caractérisent par un éclat na-  
cré brillant.

FR 2 759 607 - A1



### Domaine de l'invention

L'invention concerne un procédé de préparation de concentrés à éclat nacré tensioactifs dans lequel on met en dispersion des cires à éclat nacré dans des gels d'agents tensioactifs anioniques aqueux.

### Etat de la technique

L'éclat qui présente l'aspect nacré doux des perles a exercé sur les hommes déjà depuis des millénaires une fascination particulière. Il n'y a par conséquent aucun étonnement à ce que les fabricants de préparations cosmétiques essayent de conférer à leurs produits une image d'apparence attractive, précieuse, de bon aloi. Le premier aspect nacré mis en oeuvre depuis le moyen âge dans les cosmétiques, était une pâte à éclat nacré à base d'écailles de poisson naturelles. Au commencement de ce siècle, on a découvert que les oxychlorures de bismuth sont également en mesure de produire un éclat nacré. Pour la cosmétique moderne au contraire des cires à aspect nacré, en particulier du type des esters de glycolmono et di-acide gras sont importantes, celles-ci sont principalement mises en oeuvre pour l'obtention de l'éclat nacré dans les shampoings capillaires et les gels pour douches. Une revue des formulations modernes à éclat nacré se trouve décrite par A. Ansmann et R. Kawa dans Parf. Kosm. 75 (1994) 578.

L'état de la technique connaît un grand nombre de formulations qui confèrent aux agents tensioactifs l'éclat nacré désiré. C'est ainsi que sont connus par exemple des deux demandes de brevet allemandes DE-A1-3 843 572 et DE-A1-4 103 551 (Henkel) des concentrés à éclat nacré sous forme de dispersions aqueuses aptes à l'écoulement qui renferment de 15 à 40 % en poids de composants à éclat nacré, de 5 à 55 % en poids d'agents émulsionnants et de 0,1 à 5 ou de 15 à 40 % en poids de polyols. Pour les cires à éclat nacré, il s'agit de polyalkylèneglycols acylés, de monoalkanolamides, d'acides gras linéaires, saturés ou de cétosulfones. Dans les deux documents européens EP-B1-0 181 773 et EP-B1-0 285 389 (Procter et Gamble) on a proposé des compositions de shampoings qui renferment des agents tensioactifs, des silicones

non volatils et des cires à éclat nacré. L'objet de la demande de brevet européen EP-A2-0 205 922 (Henkel) consiste en des concentrés à éclat nacré aptes à l'écoulement qui renferment de 5 à 15 % en poids de polyglycols acylés, de 1 à 6 % en poids de monoéthanolamides d'acide gras et de 1 à 5 % en poids d'agents émulsionnants non ioniques. Conformément à l'enseignement du brevet européen EP-B1-0 569 843 (Hoechst) on peut également obtenir des dispersions à éclat nacré aptes à l'écoulement, non ioniques, dans lesquelles on prépare des mélanges de 5 à 30 % en poids de polyglycols acylés et de 0,1 à 20 % en poids d'agents tensioactifs non ioniques sélectionnés. On connaît en outre de la demande de brevet européen EP-A2-0 581 193 (Hoechst) des dispersions à éclat nacré exemptes d'agent conservateur, aptes à l'écoulement, qui renferment des éthers de polyglycol acylés, des bétaines, des agents tensioactifs anioniques et du glycérol. Finalement, on a proposé dans la demande de brevet européen EP-A1-0 684 302 (Th. Goldschmidt) l'utilisation d'esters de polyglycérol comme adjuvant de cristallisation pour la préparation de concentrés à éclat nacré.

Les agents tensioactifs anioniques aqueux forment comme on le sait pour des concentrations plus élevées en matière solide, des gels de haute viscosité, qui sont désignés comme phases lamellaires. Lors de la manipulation avec des préparations aqueuses d'agent tensioactif anionique, le technicien opère par conséquent en règle générale dans la zone des concentrations inférieures. Pour la préparation de concentrés à éclat nacré tensioactifs on part de solutions diluées d'agents tensioactifs anioniques dans lesquelles on met en dispersion les cires à éclat nacré à des températures élevées. Après homogénéisation on peut ajuster les préparations ensuite, au cas où cela est souhaité, à une concentration définie de matière solide. Les concentrés accessibles selon ce procédé ne possèdent cependant de leur côté même aucun éclat nacré, cependant ils apparaissent bien plutôt troubles, ce qui n'est pas souhaité d'un point de vue esthétique.

Le problème de la présente invention a consisté par conséquent, à rendre accessible un procédé selon lequel

on peut obtenir des concentrés à éclat nacré tensioactifs, qui disposent eux-mêmes d'un éclat nacré exceptionnel.

#### Description de l'invention

L'objet de l'invention est un procédé d'obtention  
5 de concentrés à éclat nacré tensioactifs par mélange d'agents tensioactifs anioniques aqueux avec des cires à éclat nacré qui se caractérise en ce qu'on met en oeuvre des concentrés d'agents tensioactifs anioniques aqueux qui se présentent en phase de gel lamellaire.

10 D'une manière surprenante, on a trouvé qu'on peut obtenir des concentrés à éclat nacré avec un éclat nacré spécifique, lorsqu'on met en oeuvre à la place des solutions diluées d'agents tensioactifs anioniques, des solutions concentrées aqueuses d'agents tensioactifs anioniques, spécialement des solutions concentrées d'alkyléthersulfate et de  
15 monoglycéride sulfate qui se trouvent sous la forme de phase de gel lamellaire. L'incorporation des cires à éclat nacré dans les agents tensioactifs anioniques visqueux, s'effectue avec succès à des températures accrues allant de 50 à 90°C  
20 sans problème sous forte agitation et on obtient des préparations concentrées qui manifestent également après refroidissement l'éclat nacré désiré.

#### Agents tensioactifs anioniques

Des exemples typiques d'agents tensioactifs anioniques qui  
25 viennent en considération comme matières premières dans le procédé conforme à l'invention sont les alkylbenzènesulfonates, les alkanesulfonates, les oléfinesulfonates, les alkyléthersulfonates, les glycéroléthersulfonates, les  $\alpha$ -méthylestersulfonates, les acides gras sulfonés, les alkylsulfates, les éthersulfates d'alcools gras les glycéroléthersulfates,  
30 les hydroxyéthersulfates, les monoglycéride(éther)-sulfates, les amides (éther)sulfates d'acide gras, les mono- et dialkylsulfosuccinates, les mono- et les dialkylsulfosuccinamates, les sulfotriglycérides, les savon d'amides, les  
35 acides éther carboxyliques, et leurs sels, les iséthionates d'acide gras, les sarcosinates d'acide gras, les taurides d'acide gras, les N-acylaminoacides comme par exemple les acyllactylates, les acyltartrates, les acylglutamates, et les

acylaspartates, les alkyloligoglucosidesulfates, les condensés de protéine et d'acide gras, (en particulier des produits végétaux à base de froment) et des alkyl(éther)phosphates. Pour autant que les agents tensioactifs anioniques, renferment des chaînes de polyglycoléther, ceux-ci peuvent posséder une répartition d'homologues conventionnelle, de préférence néanmoins une répartition restreinte. C'est critique pour l'utilisation des agents tensioactifs cités qu'ils se présentent dans la phase de gel lamellaire. Ceci signifie en pratique qu'on met en oeuvre habituellement des solutions aqueuses qui manifestent une teneur en matière solide dans la zone de 60 à 90, de préférence de 70 à 80 % en poids.

#### Alkyléthersulfates

Dans un mode d'exécution préféré de l'invention, on met en oeuvre des agents tensioactifs anioniques du type des alkyléthersulfates, qui sont préparés à l'échelle de la grande industrie par sulfatation par  $\text{SO}_3$  ou par l'acide chlorosulfonique (CSA) des polyglycoléthers d'oxoalcool ou d'alcool gras et neutralisation subséquente. Dans le sens de l'invention viennent en considération des éthersulfates qui répondent à la formule (I),



dans laquelle  $\text{R}^1$  représente un radical alkyle et/ou alkényle linéaire ou ramifié ayant de 6 à 22 atomes de carbone,  $m$  représente des nombres allant de 1 à 10, et  $\text{X}$  représente un métal alcalin et/ou alcalino-terreux, un ammonium, un alkylammonium, un alkanolammonium ou glucammonium. Des exemples typiques sont les sulfates des produits d'addition de, en moyenne, 1 à 10 et en particulier de 2 à 5 mol d'oxyde d'éthylène sur l'alcool caproïque, l'alcool caprylique, le 2-éthylhexylalcool, l'alcool caprinique, l'alcool laurique, l'alcool isotridécylrique, l'alcool myristique, l'alcool cétylique, l'alcool palmoléique, l'alcool stéarique, l'alcool isostéarique, l'alcool oléylique, l'alcool élaïdique, l'alcool pétrosélinique, l'alcool arachique, l'alcool gado-  
létique, l'alcool béhénique, l'alcool érucique, et l'alcool brassidique ainsi que leurs mélanges industriels sous forme de leurs sels de sodium et/ou de magnésium. Les éthersulfates

### **Esters d'acide gras et d'alkylèneglycol**

les esters d'acide gras et d'alkylèneglycol (a) représentent bien les cires à éclat nacré les plus connues. Il s'agit de préférence de mono- ou de diesters d'éthylèneglycol, de diéthylèneglycol, de triéthylèneglycol, de tétraéthylèneglycol, de propylèneglycol, de dipropylèneglycol ainsi que de leurs mélanges avec des acides gras ayant de 6 à 22, de préférence de 12 à 18 atomes de carbone. Des exemples typiques sont le monostéarate d'éthylèneglycol, le distéarate d'éthylèneglycol ainsi que leurs mélanges.

### **Alkanolamides d'acide gras**

Les alkanolamides d'acide gras qui forment le composant b) représentent des amides d'acide gras ayant de 6 à 22, de préférence de 12 à 18 atomes de carbone, avec des alkanolamides comme par exemple la monoéthanolamine, la diéthanolamine, la monopropanolamine, la dipropanolamine, et similaires. Des exemples typiques sont le monoéthanolamide d'acide stéarique ou le diéthanolamide d'acides gras de coco.

### **Glycérides partiels**

Par glycérides partiels (c) on doit entendre les mono- et les diglycérides ainsi que leurs mélanges industriels qui représentent -considéré d'un point de vue chimique- des esters partiels d'acide gras ayant de 6 à 22, de préférence de 12 à 18 atomes de carbone, avec le glycérol. Des exemples typiques sont le monoglycéride d'acide laurique, le monoglycéride d'acides gras de coco, le monoglycéride d'acide palmitique, le monoglycéride d'acide stéarique, le monoglycéride d'acide isostéarique, le monoglycéride d'acide oléique ou le monoglycéride d'acide béhénique.

### **Esters plurivalents d'acide carboxylique et d'acide hydroxycarboxylique**

Pour les cires à éclat nacré qui forment le composant (d), il s'agit de substances connues qui peuvent être obtenues selon les procédés courants de la chimie organique préparative.

Habituellement, la préparation des esters s'effectue d'une manière connue en soi par estérification catalysée par des bases d'acides carboxyliques et/ou d'acides

hydroxycarboxyliques ayant de 4 à 12 atomes de carbone, 2 à 4 groupes carboxyle et de 1 à 5 groupes hydroxyle, avec les alcools gras. Comme composants acides viennent en considération par exemple le diacide malonique, l'acide maléique, l'acide fumarique, l'acide adipique, l'acide sébacique, l'acide azélaïque, l'acide dodécanique, l'acide phtalique, l'acide isophtalique, et en particulier l'acide succinique ainsi que l'acide malique, l'acide citrique, et en particulier l'acide tartrique et leurs mélanges. Les alcools gras renferment de 6 à 22, de préférence de 12 à 18 et en particulier de 16 à 18 atomes de carbone dans la chaîne alkyle. Des exemples typiques sont l'alcool capronique, l'alcool caprylique, l'alcool 2-éthylhexylique, l'alcool caprinique, l'alcool laurique, l'alcool isotridecylique, l'alcool myristique, l'alcool cétylique, l'alcool palmoléique, l'alcool stéarique, l'alcool isostéarique, l'alcool oléylique, l'alcool élaïdique, l'alcool pétrosélinique, l'alcool linoléique, l'alcool lino-lénique, l'alcool élaéostéarique, l'alcool arachidique, l'alcool gadoléique, l'alcool behénique, l'alcool erucique et l'alcool brassidique ainsi que leurs mélanges industriels. Les esters peuvent se présenter en tant qu'esters complets ou d'esters partiels, de préférence on met en oeuvre des mono- et surtout des diesters, des acides carboxyliques ou hydroxycarboxyliques. Des exemples typiques sont les mono- et diesters lauriques d'acide succinique, le mono- et dicetéarylesters d'acide succinique, les mono- et distéarylesters d'acide succinique, les mono- et dilaurylesters d'acide tartrique, les mono- et dicocosalkylesters d'acide tartrique, les mono- et dicetéarylesters d'acide tartrique, les mono-, di- et trilaurylester d'acide citrique, les mono-, di- et tricocosalkylesters d'acide citrique ainsi que les mono-di- et tricetéarylesters d'acide citrique.

#### Solides à longue chaîne

Parmi les solides à longue chaîne on doit comprendre les alcools gras, les cétones grasses, les éthers gras et les carbonates gras qui disposent globalement de 24 à 48, de préférence de 32 à 36 atomes de carbone. Pour les alcools gras à longue chaîne il s'agit en règle générale de

dodécosène avec l'alcool laurique, l'alcool gras de coco, l'alcool myristique, l'alcool cétylique, l'alcool cétéarylique, l'alcool stéarique, l'alcool isostéarique, l'alcool oléylique, l'alcool élaidique, l'alcool petroselinique, l'alcool linolique, l'alcool linoléinique, l'alcool béhénique, et/ou l'alcool érucique. De préférence on met en oeuvre des produits d'ouverture de cycle des epoxydes d'hexa- et/ou d'octadecène avec des alcools gras ayant de 16 à 18 atomes de carbone.

10

#### **Autres agents tensioactifs**

Dans le sens du procédé conforme à l'invention, on peut mettre en oeuvre conjointement aux agents tensioactifs anioniques, aussi d'autres agents tensioactifs non ioniques, cationiques, amphotères et/ou zwitterioniques pour autant que leur quantité soit si faible qu'elle n'exerce pas d'influence défavorable sur la constitution de la phase de gel lamellaire. D'une manière typique, la proportion des agents tensioactifs supplémentaires dans les concentrés d'agents tensioactifs anioniques s'élève de 1 à 15, de préférence de 5 à 10 % en poids, rapporté à la teneur totale en agents tensioactifs. Des exemples typiques d'agents tensioactifs non ioniques sont des éthers d'alcool gras et de polyglycol, des éthers d'alkylphénol et de polyglycol, des esters d'acide gras et de polyglycol, les éthers d'amide d'acide gras et de polyglycol, des éthers d'amines grasses et de polyglycol, des triglycérides alkoxylés, des éthers mixtes ou des formals mixtes, des alk(en)yloligoglucosides, des N-alkylglucamides d'acide gras, des hydrolysats de protéine (en particulier des produits végétaux à base de froment), des esters d'acide gras et de polyol, des esters de sucre, des esters de sorbitanne, des polysorbates et des oxydes d'amine. Pour autant que les agents tensioactifs non ioniques renferment des chaînes d'éther de polyglycol, ceux-ci peuvent manifester une répartition d'homologues conventionnelle, de préférence néanmoins une répartition d'homologues restreinte. Des exemples typiques d'agents tensioactifs cationiques sont les dérivés d'ammonium quaternaire et les esters quats, en particulier les sels d'esters de trialkanolamine d'acide gras

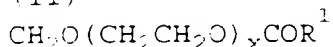


peuvent posséder pour cela aussi bien une répartition conventionnelle qu'une répartition restreinte d'homologues. On préfère particulièrement l'utilisation d'éthersulfates aqueux à base de produits d'addition de, en moyenne, 2 à 3 mol d'oxyde d'éthylène sur des fractions industrielles d'alcools gras de coco en C<sub>12</sub>-C<sub>14</sub> ou C<sub>12</sub>-C<sub>18</sub>, sous forme de leurs sels de sodium et/ou de magnésium, dans lesquels la concentration en matière solide pour cela à nouveau se situe dans la zone de 60 à 90, de préférence de 70 à 80 % en poids.

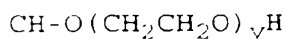
#### 10 Monoglycéride(éther)sulfates

Dans un autre mode d'exécution préféré de l'invention, on met en oeuvre des agents tensioactifs anioniques du type des monoglycéridesulfates et des monoglycérideéthersulfates. Habituellement, on part pour leur préparation de triglycérides qui sont transestérifiés le cas échéant après éthoxylation en des monoglycérides et ensuite sulfatés et sont neutralisés. Simultanément, il est possible de faire réagir les glycérides partiels avec des agents de sulfatation appropriés, de préférence de l'anhydride sulfurique gazeux ou de l'acide chlorosulfonique [EP-B1-0 561 825, EP-B1-0 561 999 (Henkel)]. Un avantage particulier lors de l'utilisation de ces substances réside dans le fait que les monoglycéridesulfates et monoéthersulfates eux-mêmes possèdent des propriétés d'éclat de nacre. Les monoglycéride(éther)sulfates à mettre en oeuvre dans le sens de l'invention répondent à la formule

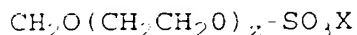
(II)



|



|



(II)

dans laquelle R<sup>1</sup>CO représente un radical acyle linéaire ou ramifié ayant de 6 à 22 atomes de carbone,

x, y et z globalement représentent 0 ou représentent des chiffres allant de 1 à 30, de préférence de 2 à 10, et X représente un métal alcalin ou alcalino-terreux.

Des exemples typiques de monoglycéride(éther)-sulfates appropriés dans le sens de l'invention sont les produits de réaction du monoglycéride d'acide laurique, du monoglycéride d'acides gras de coco, du monoglycéride d'acide palmitique, du monoglycéride d'acide stéarique, du monoglycéride d'acide oléique, et du monoglycéride d'acides gras de suif, ainsi que leurs produits d'addition d'oxyde d'éthylène, avec l'anhydride sulfurique ou l'acide chlorosulfonique sous forme de leurs sels de sodium.

De préférence, on met en oeuvre des monoglycéridesulfates de formule (II) dans laquelle  $R^2CO$  représente un radical acyle linéaire ayant de 8 à 18 atomes de carbone. La concentration en matière solide des pâtes aqueuses se situe ici à nouveau dans la zone de 60 à 90, et de préférence de 70 à 80 % en poids.

#### Cires à éclat nacré

Le choix des cires à éclat nacré n'est pas déterminant dans le sens du procédé conforme à l'invention. Des exemples typiques sont :

- a) des mono- et/ou des diesters d'acide gras et d'alkylène-glycol
- b) des alkanolamides d'acide gras
- c) des glycérides partiels
- d) des esters plurivalents d'acides carboxyliques et d'acides hydroxycarboxyliques
- e) des substances à longue chaîne et,
- f) des produits d'ouverture du cycle epoxy.

Les cires à éclat nacré peuvent être mises en oeuvre isolément ou en mélange. Habituellement, leur proportion s'élève dans les concentrés de 1 à 90, de préférence de 10 à 50 % en poids, rapporté aux concentrés, ou de 25 à 100, de préférence de 50 à 75 % en poids rapporté à la teneur en agents tensioactifs anioniques (calculé en matière solide). Les cires à éclat nacré possèdent un diamètre moyen de particules allant de 0,1 à 20, de préférence de 5 à 15, et en particulier de 10 à 12  $\mu m$ .

produits d'oxydation des paraffines correspondantes. Les cétones grasses à longue chaîne peuvent être préparées selon les procédés de l'état de la technique, par exemple par pyrolyse des sels de magnésium d'acide gras correspondants. Les cétones peuvent avoir une constitution symétrique ou non symétrique et dériver d'acides gras ayant de 6 à 22, de préférence de 16 à 18 atomes de carbone. Pour cela, la stéarone se distingue par des propriétés avantageuses, particulièrement des propriétés d'éclat nacré. Les éthers gras à longue chaîne sont préparés habituellement par condensation acide des alcools gras correspondants. Les éthers gras avec des propriétés particulièrement avantageuses d'éclat nacré, sont obtenus par condensation d'alcools gras ayant de 16 à 22 atomes de carbone comme par exemple l'alcool cétylique, l'alcool cétéarylique, l'alcool stéarique, l'alcool isostéarique, l'alcool oléylique, l'alcool béhénique, et/ou l'alcool érucique. On préfère particulièrement ici l'utilisation d'éther distéarylique. Les carbonates gras à longue chaîne sont obtenus par un procédé dans lequel on transestérifie par exemple le carbonate de diméthyle ou de diéthyle avec des alcools gras correspondants d'une manière connue en soi. En conséquence, les carbonates gras peuvent avoir une structure symétrique ou non symétrique. On préfère particulièrement les produits de transestérification du carbonate de diméthyle ou de diéthyle, avec l'alcool cétylique, l'alcool cétéarylique, l'alcool stéarique, l'alcool isostéarique, l'alcool oléylique, l'alcool béhénique et/ou l'alcool érucique sous forme de leurs mono- et diesters ou de leurs mélanges industriels.

#### **Produits d'ouverture du cycle époxyde**

Pour les produits d'ouverture du cycle, il s'agit de substances connues qui sont préparées habituellement par réaction catalysée par un acide, d'époxydes d'oléfines terminales ou situées à l'intérieur, avec des alcools aliphatiques. Des exemples typiques sont les produits d'ouverture du cycle de l'époxyde  $\alpha$ -dodécène, de l'époxyde  $\alpha$ -hexadécène de l'époxyde octadécène de l'époxyde  $\alpha$ -eicosène, de l'époxyde  $\alpha$ -dodécosène, de l'époxyde i-dodécène, de l'époxyde i-hexadécène, de l'époxyde i-eicosène et:ou de l'époxyde i-

quaternisés. Des exemples typiques d'agents tensioactifs amphotères ou zwitterioniques sont des alkylbétaines, des alkylamidobétaines, des aminopropionates, des aminoglycinates, des imidazoliumbétaines et des sulfobétaines. De préférence  
5 on met en oeuvre les agents tensioactifs anioniques, en particulier des alkyléthersulfates et/ou des monoglycéridesulfates, conjointement à des alkyloligoglucosides et/ou des bétaines.

### Polyols

10 Dans un mode d'exécution particulièrement avantageux de l'invention, on utilise conjointement dans la préparation des concentrés à éclat nacré pour la régulation de la viscosité, des polyols qui, dans le sens de l'invention, viennent en considération possèdent de préférence de 2 à 15  
15 atomes de carbone et au moins deux groupes hydroxyle. Des exemples typiques sont :

- le glycérol
- les alkylèneglycols comme par exemple l'éthylèneglycol, le diéthylèneglycol, le propylèneglycol, le butylèneglycol,  
20 l'hexylèneglycol ainsi que les polyéthylèneglycols ayant un poids moléculaire moyen de 100 à 1000 Daltons,
- les mélanges industriels d'oligoglycérols ayant un degré spécifique de condensation de 1,5 à 10 comme par exemple des mélanges industriels de diglydérrol, ayant une teneur en  
25 diglycérol de 40 à 50 % en poids,
- les composés méthylolés comme en particulier le triméthyloléthane, le triméthylolpropane, le triméthylolbutane, le pentaérythritol et le dipentaérythritol,
- les (alkyl inférieurs) glucosides, en particulier ceux avec  
30 1 à 8 atomes de carbone dans le radical alkyle comme par exemple le méthyle et le butylglucoside,
- les alcools de sucre ayant de 5 à 12 atomes de carbone, comme par exemple le sorbitol ou le mannitol,
- les sucres ayant de 5 à 12 atomes de carbone comme par  
35 exemple le glucose ou le saccharose,
- les amino-sucres comme par exemple le glucamine.

La proportion de polyols dans les concentrés peut s'élever de 0,1 à 30, de préférence de 1 à 25 et en particulier de 5 à 15 % en poids.

#### Co-émulsionnants

5 Comme autres adjuvants et substances additives viennent en considération des co-émulsionnants qui peuvent être soit mis en oeuvre pendant la mise en dispersion, soit être mélangés aux concentrés ultérieurement.

10 Comme émulsionnants primaires les agents tensio-actifs anioniques ainsi que le cas échéant les agents tensio-actifs cités en outre sont ainsi naturellement actifs, d'un point de vue technique de l'utilisation les groupes suivants de co-émulsionnants sont cependant particulièrement avantageux.

- 15 1- Produits d'addition de 2 à 30 mol d'oxyde d'éthylène et/ou de 0 à 5 mol d'oxyde de propylène sur des alcools gras linéaires ayant de 8 à 22 atomes de carbone, sur des acides gras ayant de 12 à 22 atomes de carbone et sur des alkylphénols ayant de 8 à 15 atomes de carbone dans le radical alkyle.
- 20 2- Des mono- et des diesters d'acide gras en  $C_{12}/C_{18}$  et des produits d'addition de 1 à 30 mol d'oxyde d'éthylène sur le glycérol.
- 3- Des mono- et diesters de glycérol et des mono- et diesters  
25 d'acide gras saturés et non saturés ayant de 6 à 22 atomes de carbone et leurs produits d'addition avec l'oxyde d'éthylène.
- 4- Des alkylmono- et oligoglycosides ayant de 8 à 22 atomes de carbone dans le reste alkyle et leurs analogues éthoxylés.
- 30 5- Des produits d'addition de 15 à 60 mol d'oxyde d'éthylène sur de l'huile de ricin et/ou sur de l'huile de ricin durcie.
- 6- Des esters de polyol et en particulier des esters de polyglycérol comme par exemple le polyricinoleate de polyglycérol ou le poly-12-hydroxystéarate de polyglycérol.
- 35 Conviennent également des mélanges de composés provenant de plusieurs de ces classes de substances.

- 7- Produits d'addition de 2 à 15 mol d'oxyde d'éthylène sur l'huile de ricin et/ou l'huile de ricin durcie.
- 8- Des esters partiels à base d'acide gras en  $C_6$ - $C_{22}$  linéaires, ramifiés, non saturés ou saturés, d'acide ricinoléique ainsi que d'acide 12-hydroxystéarique et de glycérol, de polyglycérol, de pentaérythritol, de dipentaéthythritol, d'alcools de sucre (par exemple le sorbitol), d'alkylglucosides (par exemple le méthylglucoside, le butylglucoside, le laurylglucoside) ainsi que de polyglucoside (par exemple la cellulose).
- 9- Des phosphates de trialkyle, ainsi que des alkylphosphates de mono-di- et/ou tri PEG.
- 10- Des alcools de cires de laine.
- 11- Des copolymères polysiloxane-polyalkyl-polyéther ou les dérivés correspondants.
- 12- Des éthers mixtes à base de pentaerythritol, d'acides gras, d'acide citrique et d'alcool gras selon le document DE-PS 1 165 574 et/ou des esters mixtes d'acides gras ayant de 6 à 22 atomes de carbone, du méthylglucose et des polyols, de préférence le glycérol ainsi que,
- 13- des polyalkylèneglycols.

La quantité de Co-émulsionnants peut s'élever de 1 à 15, de préférence de 2 à 10 % en poids rapporté aux concentrés.

#### **Huiles de silicone**

Un autre avantage des concentrés que l'on peut obtenir selon le procédé conforme à l'invention consiste dans le fait qu'ils rendent possible de mettre en émulsion également des huiles de silicone, sans que celles-ci ne se troublent complètement ou exercent une influence défavorable sur l'éclat nacré. Des exemples typiques d'huiles de silicone appropriées sont le diméthylpolysiloxane, le méthylphenylpolysiloxane, les silicones cycliques ainsi que des composés de silicone modifiés par un amino, un acide gras, un alcool, un polyéther, un époxy, un fluor, et/ou un alkyle qui peuvent se présenter à température ambiante aussi bien sous forme liquide que sous forme de résine. La proportion des huiles de

silicone dans les concentrés peut s'élever de 0,1 à 5, de préférence de 2 à 3 % en poids.

#### Procédé de préparation

Pour la préparation de concentrés à éclat nacré, on part de gels d'agents tensioactifs (anioniques) à 60-90 % en poids, que l'on a chauffé de préférence de 50 à 90°C, pour que la viscosité soit abaissée jusqu'au point où l'incorporation de la cire à éclat nacré puisse avoir lieu sans problème. La cire à éclat nacré fondue est introduite par agitation dans le gel de tensioactif chauffé et homogénéisée d'une manière intensive. Au cas où c'est désiré, on peut ajouter à cet endroit déjà les additifs ainsi que par exemple les polyols, les co-émulsionnants et les huiles de silicone ; ensuite le concentré est refroidi. Les concentrés obtenus de cette manière possèdent une teneur en matière solide de l'ordre de grandeur du gel d'agent tensioactif mis en oeuvre, même environ 60 à 90 % en poids. En particulier donc lorsqu'on utilise des gels d'agents tensioactifs d'une concentration particulièrement élevée, il est recommandé de diluer les concentrés après la préparation avec de l'eau à une teneur en matière solide de 30 à 60, de préférence de 40 à 50 % en poids.

#### Exemples 1 à 4

Dans un appareillage d'agitation de 1 litre on a introduit 500 ml de pâte à 70 % en poids de sel de sodium d'alcools gras de coco en C<sub>12</sub>/C<sub>14</sub>+20E sulfate -sel de sodium ou de cocomonoglycéridesulfate -sel de sodium et on a chauffé à 80°C. Dans les solutions on a dispersé les cires à éclat nacré fondues et le cas échéant les additifs et on agite le temps nécessaire pour que les préparations soient homogènes et refroidies. Ensuite, les concentrés ont été dilués avec une quantité d'eau telle qu'on ajuste une teneur en matière solide de 35 % en poids. L'éclat nacré des préparations a été évalué sur une échelle allant de 3 = trouble à 1 = brillant. La composition des concentrés conformes à l'invention qui en résultent va de 1 à 4 et les résultats sont rassemblés dans le tableau 1.

### Exemples de comparaison V1 à V4

Les exemples 1 à 4 ont été répétés, cependant au lieu des gels d'agents tensioactifs concentrés, des solutions aqueuses de même composition mais avec une teneur en matière solide de 40 % en poids, ont été utilisées. La composition des concentrés de comparaison V1 à V4 qui en résultent et les résultats sont également rassemblés dans le tableau 1.

### 10 TABLEAU 1

Concentrés à éclat nacré

| Désignation INCI                                  | 1       | 2  | 3  | 4  | V1 | V2 | V3 | V4 |
|---|---------|----|----|----|----|----|----|----|
| Sulfate de sodium Laureth                         | 30      | 30 | 20 | -  | 30 | 30 | 20 | -  |
| Acide gras de cocomonoglycéride-sulfate de sodium | -       | -  | -  | 20 | -  | -  | -  | 20 |
| Glucosides de coco                                | -       | -  | 5  | 5  | -  | -  | 5  | 5  |
| Cocamidopropyl betaine                            | -       | -  | 3  | 5  | -  | -  | 3  | 5  |
| Distéarate d'éthylèneglycol                       | 5       | -  | 5  | -  | 5  | -  | 5  | -  |
| Ether distéarylique                               | -       | 5  | -  | 4  | -  | 5  | -  | 4  |
| Glycérol  | -       | -  | 1  | 1  | -  | -  | 1  | 1  |
| Diméthicone                                       | -       | -  | 1  | -  | -  | -  | 1  | -  |
| Eau   | qsp 100 |    |    |    |    |    |    |    |
| Eclat nacré                                       | 1       | 1  | 1  | 1  | 3  | 3  | 2  | 3  |



R E V E N D I C A T I O N S

- 1°) Procédé de préparation de concentrés à éclat nacré tensioactifs par mélange d'agents tensioactifs aqueux avec des cires à éclat nacré,
- 5 caractérisé en ce qu'  
on met en oeuvre des concentrés d'agents tensioactifs anioniques aqueux qui se présentent sous forme de phase de gel lamellaire.
- 10 2°) Procédé selon la revendication 1,  
caractérisé en ce qu'  
on met en oeuvre des agents tensioactifs anioniques qui sont choisis dans le groupe qui est formé par les alkylbenzènesulfonates, les alkanesulfonates, les oléfinesulfonates, les
- 15 alkyléthersulfates, les glycéroléthersulfates, les hydroxy-éthermixtesulfates, les monoglycérider(éther)sulfates, les amides d'acide gras(éther)sulfates, les mono- et dialkylsulfosuccinates, les mono- et les dialkylsulfosuccinamates, les sulfotriglycérides, les savons amidifiés, les acides éther
- 20 carboxyliques, et leurs sels, les isethionates d'acide gras, les sarcosinates d'acide gras, les taurides d'acide gras, les N-acylaminoacides, les alkyloligoglucosidsulfates, les condensés de protéine et d'acide gras et les alkyl(éther)phosphates.
- 25 3°) Procédé selon les revendications 1 et 2,  
caractérisé en ce qu'  
on met en oeuvre des concentrés d'agents tensioactifs qui possèdent une teneur en matière solide dans la zone de 60 à
- 30 90 % en poids.
- 4°) Procédé selon les revendications 1 à 3,  
caractérisé en ce qu'  
on met en oeuvre des concentrés aqueux d'alkyléthersulfates
- 35 de formule (I),  

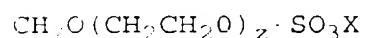
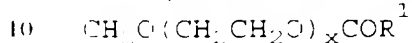
$$R^1O-(CH_2CH_2O)_mSO_3X \quad (I)$$
 dans laquelle  $R^1$  représente un radical alkyle et/ou alkényle linéaire ou ramifié ayant de 6 à 22 atomes de carbone,

m représente des chiffres allant de 1 à 10, et  
X représente un métal alcalin et/ou alcalino-terreux, un ammonium, un alkylammonium, un alkanolammonium ou un glucammonium.

5

5°) Procédé selon les revendications 1 à 4,  
caractérisé en ce qu'

on met en oeuvre des concentrés aqueux de monoglycé-  
ride(éther)sulfates de formule (II)



15

dans laquelle  $\text{R}^1\text{CO}$  représente un radical acyle linéaire ou  
ramifié ayant de 6 à 22 atomes de carbone,  
x, y et z globalement représentent 0 ou des nombres allant de  
1 à 30, et

20 X représente un métal alcalin ou alcalino-terreux.

6°) Procédé selon les revendications 1 à 5,  
caractérisé en ce qu'

25 on met en oeuvre des cires à éclat nacré qui sont choisies  
dans le groupe qui est formé des esters de mono- et/ou de di-  
acides gras d'alkylèneglycols, d'alkanolamides d'acide gras,  
de glycérides partiels, d'esters plurivalents, d'acide car-  
boxylique et d'acide hydroxycarboxylique, des solides à lon-  
gue chaîne et des produits d'ouverture du cycle epoxyde.

30

7°) Procédé selon les revendications 1 à 6,  
caractérisé en ce qu'

35 on met en oeuvre comme cire à éclat nacré le mono- et/ou dis-  
téarate d'éthylèneglycol, le diéthanolamide d'acides gras de  
coco, le distearyléther et/ou la stéarone.

8°) Procédé selon les revendications 1 à 7,  
caractérisé en ce qu'

on met en oeuvre conjointement aux agents tensioactifs anioniques, d'autres agents tensioactifs non ioniques, cationiques, et/ou amphotères ou zwitterioniques, avec la restriction que leur quantité a été choisie de telle sorte  
5 que la constitution de la phase d'agent tensioactif anionique lamellaire ne subit pas d'influence défavorable.

9°) Procédé selon la revendication 8,  
caractérisé en ce qu'

10 on met en oeuvre de 1 à 15 % en poids d'alkyloligoglucoside et/ou de betaine, rapporté à la teneur globale en agents tensioactifs.

10°) Procédé selon les revendications 1 à 9,  
15 caractérisé en ce qu'

on met en oeuvre comme adjuvants et additifs des polyols, des agents émulsionnants et/ou des silicones.



1  
2